

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭56—131686

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 09 K 3/14  
// B 24 D 3/00

識別記号 庁内整理番号  
7229—4H  
6660—3C

⑭ 公開 昭和56年(1981)10月15日

発明の数 1  
審査請求 有

(全 8 頁)

⑮ 研磨用組成物の製造法

⑯ 特 願 昭55—184144

⑰ 出 願 昭55(1980)12月26日

優先権主張 ⑱ 1979年12月27日 ⑲ フランス  
(FR) ⑳ 79.31742

㉑ 発 明 者 ジャン・カラジ  
フランス国パリ・リュ・ビエー  
ユ・デュ・タンブル86

㉒ 発 明 者 マルセル・ペルティエ  
フランス国ラ・ロシエル・アブ  
ニユ・カルノ273

㉓ 出 願 人 ローヌ・ブーラン・アンデユス  
トリ  
フランス国75008パリ・アブニ  
ユ・モンテーニユ22

㉔ 代 理 人 弁理士 倉内基弘 外 1 名

明 細 書

1 発明の名称 研磨用組成物の製造法

2 特許請求の範囲

(1) (a) セリウム塩溶液と、塩基性溶液と、陰イオンが不溶性希土製化合物を形成できるところの少なくとも1種の酸及び(又は)1種の塩の溶液とを同時に連続的に混合し、この場合に、使用される塩基の当量数はセリウムの当量数よりも大きいとか又はそれに等しく且つ反応媒体のpHは約6よりも大きいものとし、

(b) 得られた沈殿物を戸別し、

(c) それを乾燥し、そして

(d) それをか焼する、

各工程を含むことを特徴とする研磨用組成物の製造法。

(2) 反応媒体の温度が約10～95℃特に50～70℃であることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の方法。

(3) 反応媒体中における混合物の滞留時間が約30分～2時間であることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の方法。

(4) セリウム塩溶液が塩化第一セリウム、硝酸第一セリウム及び硝酸第二セリウムの各溶液のうちの少なくとも1つから選定されることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の方法。

(5) セリウム塩溶液の濃度が0.5～2モル/lである特許請求の範囲第1又は4項記載の方法。

(6) セリウムが第一セリウム状態で反応媒体中に導入され、そしてそれが、酸化剤を単独で又は他の溶液と混合状態で反応媒体に連続的に加えることによつて第二セリウム状態に酸化されることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の方法。

(7) 酸化剤が過塩素酸塩、塩素酸塩、次亜塩素酸塩、過硫酸塩若しくは過酸化水素の各溶液、空気、酸素又はオゾンよりなる群から選定され、又は電気化学的酸化が使用されることを特徴とする特許請求の範囲第4項記載の方法。

(8) 第一セリウム塩に対する酸化剤の割合が化

学量論的量に関して約10～40%の過剰に相当することを特徴とする特許請求の範囲第6項記載の方法。

(9) 塩基性溶液がアンモニア、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム及び炭酸ナトリウムの各溶液から選定されることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の方法。

(10) 塩基性溶液の規定度が1～5Nであることを特徴とする特許請求の範囲第1又は9項記載の方法。

(11) セリウムの当量に対して約5%よりも多くの過剰当量の塩基が使用されることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の方法。

(12) 反応媒体のpHが6～10好ましくは7～9であることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の方法。

(13) 反応媒体のpHをpH単位の±0.1内で一定の値に調節することを特徴とする特許請求の範囲第12項記載の方法。

(14) 陰イオンが不溶性希土化合物を形成で

リウム、ユーロビウム、ガドリウム、テルビウム、ジスプロシウム、ホルミウム、エルビウム、フリウム、イツテルビウム、ルテチウム及びイットリウムの各塩化物又は硝酸塩よりなる群から選定される特許請求の範囲第17項記載の方法。

(19) 三価希土類の塩の水溶液の濃度が0.2～1モル/lの間である特許請求の範囲第17又は18項記載の方法。

(20) 反応塊の熟成が、戸過工程前に10～95℃好ましくは50～80℃の間の温度において約2時間までの範囲内であつてよい時間の間実施されることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の方法。

(21) 戸過工程が、約10～90℃好ましくは35～45℃の間の温度において任意に連続プロセスによつて実施されることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の方法。

(22) 戸過工程後に戸塊が水又はアンモニウム塩の溶液で洗浄され、そしてこの洗浄後に戸塊の含水量が約20～80重量%特に30～50重量

きるところの少なくとも1種の酸及び(又は)塩の溶液が、陰イオンがしゅう酸、弗化物、炭酸、ほう酸、けい酸、硫酸及び磷酸の各陰イオンのうちの少なくとも1種よりなる群から選定されるところの水溶液から選定されることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の方法。

(15) 用いる塩がアンモニウム、ナトリウム及びカリウムの各塩よりなる群から選定されることを特徴とする特許請求の範囲第1又は14項記載の方法。

(16) 酸及び(又は)塩の溶液の濃度が2モル/l以下特に2～4モル/lの間であることを特徴とする特許請求の範囲第1、14又は15項記載の方法。

(17) 少なくとも1種の三価希土類の塩の水溶液も、単独で又は他の溶液と混合状態で反応媒体に連続的に添加されることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の方法。

(18) 少なくとも1種の三価希土類の塩の水溶液が、ランタン、ネオジム、プラセオジム、サマ

%であることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の方法。

(23) 乾燥工程が、約100～600℃の温度において約30分～2時間の間任意に連続プロセスによつて実施されることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の方法。

(24) か焼工程が、約600～1200℃の間の温度において約30分～10時間の間任意に連続プロセスによつて実施されることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の方法。

(25) か焼工程後に粉碎及び粒度選定も実施されることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の方法。

### 3. 発明の詳細な説明

本発明は、研磨用組成物の製造法、それによつて得られた組成物、及びガラス又はこの種の物質の研磨へのそれらの応用に関する。特に、本発明は、希土類を基材とした研磨用組成物の連続的製造法に関する。

ガラス工業において現在使用されている研磨用組成物の中では、希土類特にセリウムを基材としたものが一般には最良である。かかる組成物を製造するための様々な方法が知られている。かくして、フランス特許願第2426110号によれば、モノチヤイトの存在下に希土類硫酸塩の水溶液を水酸化ナトリウムによつて沈殿させ、そして生成物を分別し、洗浄し、乾燥しそしてか焼して所望の研磨用組成物を得ることが提案された。この種の方法によつては、特に得られた生成物の不均質性、未確定の構造及び非再生産性の故に、完全に満足な効力を有する研磨用組成物を得ることが不可能である。これらの不利益は特にプロセスの操作条件から生じるが、この条件によれば、反応体の濃度が反応間に変化し且つ所定の生成物を再生産可能な懸液で得ることが不可能になるのである。また、これらは異物化合物（モノチヤイト）の共存及び硫酸塩の存在からも生じるが、これらの存在のために水酸化ナトリウムによる沈殿によつて二様の硫酸塩、ヒドロキシ硫酸塩及び水酸化物の如き生成物の複雑な混合物が生じそしてこれらの

量及び性状が反応間に変動する可能性がある。

また、セリウムが予め酸化された希土類硝酸塩溶液からアンモニアによつて水酸化セリウムを沈殿させることによつてセリウム基材研磨用組成物を製造することも提案された（ケミカル・アブストラクト、80、51688、1974）。この種の方法は、硝酸セリウム／アンモニウムを経ての再結晶及び希酸による水酸化物の溶解を包含する追加的な精製工程を必要とする。更に、かかる組成物は、均質性、構造及び再生産性について満足な特性を有しない。

ここに本発明において、上記の不利益を打破することを可能にし、そして特に、従来技術に記載される研磨用組成物と比較してかなり改善された有効性及び特性を有する有用な研磨用組成物を直接製造することを可能にする方法が見い出された。

要するに、本発明は、

(a) セリウム塩溶液と、塩基性溶液と、陰イオンが不溶性希土類化合物を形成できるところの少なくとも1種の酸及び（又は）1種の塩の溶液と

を同時に連続的に混合し、この場合に、使用される塩基の当量数はセリウムの当量数よりも大きい又はそれに等しく且つ反応媒体のpHは約6よりも大きいものとし、

(b) 得られた沈殿物を分別し、

(c) それを乾燥し、そして

(d) それをか焼する、

各工程を含むことを特徴とする研磨用組成物の製造法に関する。

本発明の方法に従った各反応体の混合は瞬間的であり、そして反応塊全体にわたつて存在する様々な種類のものが十分な所定の濃度でいつも得られる。これによつて、安定性を有する所定の均質組成物を得ることが可能になる。

反応媒体の温度は、好ましくは約10～95℃特に50～70℃の間でなければならない。

反応媒体中における混合物の滞留時間は本発明によれば厳密な因子ではなく、広い範囲内で変動してよく、一般には約30分～2時間の滞留時間が使用される。

本発明の方法に従つて使用されるセリウム塩溶液は、第一セリウム及び（又は）第二セリウム状態のセリウム塩（これは、本発明の条件下に可溶性である）の水溶液、具体的には、塩化第一セリウム又は第一セリウム若しくは第二セリウム状態の硝酸セリウム或いは両者の混合物の溶液であつてよい。

使用するセリウム塩の純度は重要なものでないが、しかし場合によつては99%以上の純度を有するセリウム塩を使用するのが有益である。

セリウム塩溶液の濃度は本発明によれば厳密な因子ではなく、これは広範囲内で変動することができる。0.5～2モル/lの濃度が好ましい。

本発明に従った方法の好ましい変形具体例に従えば、セリウムは第一セリウム状態で反応媒体に導入され、そしてこれは、この媒体と相容性の酸化剤を単独で又は塩基を含有する溶液以外の溶液と混合状態のどちらかで反応混合物に連続的に加えることによつて第二セリウム状態に酸化される。挙げることのできる好適な酸化剤の例としては、

過塩素酸塩、塩素酸塩、次亜塩素酸塩、過硫酸塩若しくは過酸化水素の溶液、又は空気、酸素若しくはオゾンがある。また、セリウムは、電気化学的方法によつて酸化することもできる。好ましくは、過酸化水素が用いられる。

酸化しようとする第一セリウム塩に対する酸化剤の割合は、広範囲にわたつて変動することができる。これは、一般には化学量論的量よりも多くそして好ましくは10～40%の過剰に相当する。

本発明の方法に従つて使用される塩基溶液は、具体的には、アンモニア、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム又は炭酸ナトリウムの水溶液であつてよい。本発明によれば、好ましくはアンモニア溶液が用いられる。用いられる塩基性溶液の規定度は本発明によれば厳密な因子ではなく、これは広い範囲内で変動してよいがしかし有益には1～5Nである。

塩基性溶液及びセリウム塩溶液の相対割合は、導入される塩基の当量数が同じ段階で導入されるセリウムの当量数よりも大きい又はそれに等し

いようにしなければならない。セリウムの当量に対して約5%以上過剰の当量の塩基を使用するのが有益である。しかしながら、約6よりも多くなければならない反応媒体のpHは、約10を越えてはならない。これは、有益には、7～9の間である。pHは、これらの範囲内でpH単位の±0.1内で一定の値に調節するのが特に有益である。

陰イオンが本発明に従つた不溶性希土類化合物を形成できるところの少なくとも1種の酸及び(又は)1種の塩の溶液は、具体的には、陰イオンがしゅう酸、弗化物、炭酸、ほう酸、けい酸、硫酸及び燐酸の各陰イオンのうちの少なくとも1種よりなる群から選定されるところの酸及び(又は)塩の水溶液であつてよい。用いられる塩は、水溶性塩好ましくはアンモニウム、ナトリウム及びカリウム塩である。この溶液は、単独で又は塩基性溶液と混合状態で反応媒体中に導入される。

本発明の方法に従えば、使用されるのが好ましい塩は、具体的には、陰イオンが弗化物、硫酸、ほう酸又は硫酸陰イオンであるようなものである。

本発明の方法に従えば、使用されるのが好ましい塩は、具体的には、陰イオンが弗化物、硫酸、ほう酸又は硫酸陰イオンであるようなものである。

酸及び(又は)塩の溶液の濃度は本発明によれば厳密な因子ではなく、これは広範囲内で変動することができる。しかしながら、これは、好ましくは6モル/l以下で更に好ましくは2～4モル/lの間である。

本発明に従つた方法の変形具体例に従えば、少なくとも1種の三価希土類の塩(この塩は、任意にイットリウムを含有しそして本発明の条件下に可溶性である)の水溶液を単独で又はセリウム塩溶液と混合状態で反応混合物に連続的に加えることも可能である。挙げることのできる好適な塩の例としては、特に、ランタン、プラセオジウム、ネオジウム、サマリウム、ユーロビウム、ガドリニウム、テルビウム、ジスプロシウム、ホルミウム、エルビウム、ツリウム、イツテルビウム、ルテチウム及びイットリウムの塩化物又は硝酸塩がある。特に、セリウム塩及び希土類塩を含有しそして希土類鉱石の処理から直接に又は間接的に生じる溶液を使用することが可能である。

本発明の方法のこの変形具体例に従つて用いら

れる希土類塩の溶液の濃度は厳密な因子ではなく、これは広い範囲内で変動することができる。しかしながら、これは好ましくは0.2～1モル/lの間である。

本発明の方法では、用いられる陰イオンの当量数は用いられる陽イオンの当量数よりも大きい又はそれに等しい。しかしながら、これは、各反応体を混合することによつて得られる組成物上での敗着化合物の形成をもたらしべきではない。

本発明に従つた方法の他の変形具体例に従えば、反応塊は、戸過操作前に約10～95℃好ましくは50～80℃の間の温度である時間熟成させることができる。この場合には、熟成時間は本発明によれば厳密な因子ではなく広範囲内で変動することができる。しかしながら、約2時間までの範囲内の時間が一般に満足である。

本発明の方法に従えば、反応塊(これは、懸濁液の形態にある)は、反応後に戸過される。この戸過操作は、任意に、約10～90℃好ましくは35～45℃の温度で連続的に実施される。

本発明の方法の変形具体例に従えば、尹塊は、次いで、水又はアンモニウム塩の水溶液で洗浄することができる。この洗浄後、尹塊の含水量は約20～80重量%一般には30～50重量%である。

尹塊そして適当には洗浄後に得られる生成物は、次いで、任意に連続プロセスによつて乾燥される。乾燥温度は好ましくは100～600℃であるが、これらの条件下で乾燥時間は好ましくは30分～2時間の間を変動する。

乾燥生成物は、次いで、任意に連続プロセスによつて約600～1200℃の間の温度において一般には約30分～10時間の間か焼される。

乾燥及びか焼操作は、2つの別個の装置で実施することができ又は単一装置で連続的に実施することができる。

本発明の方法に従つて得られた組成物は、当業者に周知の技術に従つて任意に粉砕及び粒度の選定後にガラス又はこの種の物質の研摩に応用することができる。

乾燥及びか焼のための回転炉、からなる装置において製造された。

生成物の特性は、次の方法によつて測定された。

#### (1) 粒 度

超音波によつて水性懸濁状態で2～5分間予め砕解させた粉末を水の流れ下に金属ふるいでふるい分けをすること。

#### (2) かさ密度

標準法 DIN 53194

#### (3) 懸濁安定性

50g/lの粉末を含有する懸濁液を、密度計（デンシメーター）が入れられた250mlのシリンドー（直径38mm）中で分離させる。球部のレベルにある懸濁液の密度を時間と共に測定すると、その間に粉末が分離してくる。T<sub>50</sub>は、測定値が透明液の初期密度と最終密度との平均値となるときの時間である。

#### (4) 研摩効率

検査機械：DIN標準規格 5 8 7 5 0

無色の光学クラウンガラス

本発明の組成物は、公知の製品と比較して多数の利点を示すことが判明している。かくして、生成物の均質性、再生産性及び特性の改善とは別に、本発明に従つた組成物は、純度、粒度及び色に関して改善された外観を有し、また、これらは、密度や懸濁安定性に関して改善された特性、並びに研摩効率、研摩速度、研摩品の低い不合格率等に関して向上された性能を有する。

これらの利益は、特に、本発明の範囲を限定せずに本発明の方法を例示する以下の実施例を通読するときに明らかになるであろう。

これらの例では、生成物は、次の要素、即ち、攪拌器付きでそして温度制御される12lの反応器、

反応器の出口に配置されたpH調節装置であつて、反応器のpHを測定しそして塩基性水溶液の流量に作用するpH調節装置、

攪拌器付きでそして温度制御される12lの熟成器（ager）、

一組のプツチャー型尹過器、及び

研摩機：ritan Hypres“Lan-Plan”、直径=94mm

圧 力：665g/cm<sup>2</sup>

研摩機の回転速度：100rpm

懸濁液の濃度：125g/l

懸濁液の温度：25℃

#### (5) 結晶構造

透過率によるDebye-Scherrer法：単色モリブデン放射

#### 例 1

(a) 反応器に、次のもの、即ち、

1モル/lの硝酸第一セリウムを含有する水溶液と、

0.05モル/lの硫酸アンモニウム及び0.05モル/lの弗化アンモニウムも含有する2N-アミンニア溶液と、

を同時に連続的に導入する。

これらの溶液の流量は、pH調整装置をpH=8.9±0.1に設定する程のものである。

反応器は25℃で操作し、熟成器は75℃で操作し、そして各装置における滞留時間は1時間で

ある。

(b) 得られた沈殿物を戸返し、次いで水洗する。

(c) 洗浄した沈殿物を乾燥する。

(d) 次いで、これを840℃において3時間か焼する。

粉碎及び選定後に、次の特性を有する研磨用組成物が得られる。

粒 度：0.1%以下が15μmふるいを不通過  
色：象牙色

かさ密度：1.8

懸濁安定性  $T_{50} = 1.4$  分

研磨効率：27  $\text{mg} / \text{dm}^2 / \text{分}$

構 造：主F立方

## 例 2

(a) 反応器に、次のもの、即ち、

1モル/lの硝酸第二セリウム及び0.6モル/lの遊離硝酸を含有する水溶液と、

0.10モル/lの弗化アンモニウム及び0.05モル/lの硫酸アンモニウムも含有する3N-アンモニア溶液と、

1モル/lの硝酸セリウムを含有する水溶液と、

6N-過酸化水素溶液と、

5N-アンモニア溶液と、

1モル/lの弗化アンモニウム及び0.08モル/lの硝酸三ナトリウムと、

1モル/lの硝酸ネオジムを含有する水溶液と、を連続的に同時に導入する。

これらの溶液の流量は、pH調整装置をpH=7±0.1に設定し且つ硝酸ネオジム溶液の流量が硝酸セリウム溶液の流量の34%になる程のものである。

反応器は50℃で操作し、熟成器は80℃で操作し、そして各装置における滞留時間は1時間である。

(b) 得られた沈殿物を戸別し、次いで水洗する。

(c) 洗浄した沈殿物を乾燥する。

(d) 次いで、これを850℃において1時間か焼する。

粉碎及び選定後、次の特性を有する研磨用組成物が得られる。

を同時に連続的に導入する。

これらの溶液の流量は、pH調整装置をpH=7.5±0.1に設定する程のものである。

反応器は50℃で操作し、熟成器は80℃で操作し、そして各装置における滞留時間は1時間である。

(b) 得られた沈殿物を戸別し、次いで水洗する。

(c) 洗浄した沈殿物を乾燥する。

(d) 次いで、これを1000℃で1時間か焼する。

粉碎及び選定後、次の特性を有する研磨用組成物が得られる。

粒 度：0.1%以下が15μmふるいを不通過  
色：象牙色

かさ密度：1.8

懸濁安定性  $T_{50} = 1.5$  分

研磨効率：25  $\text{mg} / \text{dm}^2 / \text{分}$

構 造：主F立方

## 例 3

(a) 反応器に、次のもの、即ち、

粒 度：0.1%以下が15μmふるいを不通過  
色：クリーム色

かさ密度：1.7

懸濁安定性  $T_{50} : 2.7$  分

研磨効率：25  $\text{mg} / \text{dm}^2 / \text{分}$

構 造：モナザイト型構造の相によつて結合されたF立方構造の微結晶

## 例 4

本法は例3に記載されるものと同じ条件下に実施されるが、か焼の時間及び温度のみが変更される。

か焼を850℃で30分間実施した場合には、研磨用組成物は、次の特性を有する。

色：クリーム

かさ密度：1.5

懸濁安定性  $T_{50} : 2.7$  分

研磨効率：25  $\text{mg} / \text{dm}^2 / \text{分}$

## 例 5

(a) 反応器に、次のもの、即ち、

0.45モル/lの硝酸セリウム、0.55モル/l

ℓの硝酸ネオジム及び0.28モル/ℓの過酸化水素を含有する水溶液と、

1.33モル/ℓのアンモニア、0.34モル/ℓの弗化アンモニウム及び0.25モル/ℓの磷酸三ナトリウムを含有する水溶液と、を同時に連続的に導入する。

これらの溶液の流量は、pH調整装置をpH = 7 ± 0.1に設定する程のものである。

反応器は50℃で操作し、熟成器は75℃で操作し、そして各装置における滞留時間は1時間である。

(b) 得られた沈殿物を分別し、次いで水洗する。

(c) 洗浄した沈殿物を乾燥させる。

(d) 次いで、これを800℃で1時間か焼する。次の特性を有する研磨用組成物が得られる。

色 : ピンク

かさ密度 : 1.55

懸濁安定性 T<sub>90</sub> : 3.7分

研磨効率 : 2.3 μg / dm<sup>2</sup> / 分

構造 : モナザイト型構造の相によつて結合

燥させる。

次の特性を有する研磨用組成物が得られる。

色 : 淡ピンク

かさ密度 : 1.35

研磨効率 : 2.3 μg / dm<sup>2</sup> / 分

#### 例 7

(a) 反応器に、次のもの、即ち、

0.75モル/ℓの硝酸セリウム、0.41モル/ℓの過酸化水素及び0.25モル/ℓの硝酸ネオジムを含有する水溶液と

2.3モル/ℓのアンモニア及び0.5モル/ℓの弗化ほう酸アンモニウムを含有する水溶液と、を同時に連続的に導入する。

これらの溶液の流量は、pH調整装置をpH = 7 ± 0.1に設定する程のものである。

反応器は50℃で操作し、熟成器は75℃で操作し、そして各装置における滞留時間は1時間である。

(b) 得られた沈殿物を分別し、次いで水洗する。

(c) これを乾燥する。

されたF立方構造の微結晶。中間無定形相は可視的である。

#### 例 6

(a) 反応器に、次のもの、即ち、

0.35モル/ℓの塩化セリウム、0.25モル/ℓの過酸化水素、0.45モル/ℓの硝酸ランタン及び0.20モル/ℓの塩化ネオジムを含有する水溶液と

1.12モル/ℓのアンモニア、0.29モル/ℓの弗化アンモニウム及び0.21モル/ℓの磷酸アンモニウムを含有する水溶液と、を同時に連続的に導入する。

これらの溶液の流量は、pH調整装置をpH = 7.7 ± 0.1に設定する程のものである。

反応器は50℃で操作し、熟成器は75℃で操作し、そして各装置における滞留時間は1時間である。

(b) 得られた沈殿物を分別し、次いで水洗する。

(c) 洗浄した沈殿物を乾燥させる。

(d) 次いで、これを950℃において2時間乾

(d) 次いで、これを950℃で2時間か焼する。

粉碎及び選定後、次の特性を有する研磨用組成物が得られる。

粒度 : 0.1 μ以下が15 μmふるいを不通過

色 : 鈍黄色

かさ密度 : 1.8

懸濁安定性 T<sub>90</sub> : 2分

研磨効率 : 2.4 μg / dm<sup>2</sup> / 分

構造 : 無定形相によつて結合されたF立方構造の微結晶

#### 例 8

(a) 反応器に、次のもの、即ち、

0.5モル/ℓの塩化セリウム、0.28モル/ℓの過酸化水素、0.25モル/ℓの塩化ランタン、0.20モル/ℓの塩化ネオジム及び0.05モル/ℓの塩化プラセオジムを含有する水溶液と、

0.72モル/ℓの弗化アンモニウム及び0.53モル/ℓの磷酸アンモニウムを含有する水溶液と、

2.5N-アンモニア溶液と、

を同時に連続的に導入する。

これらの溶液の流量は、pH調整装置を $\text{pH} = 7 \pm 0.1$ に設定する程のものである。

反応器は $50^\circ\text{C}$ で操作し、熟成器は $75^\circ\text{C}$ で操作し、そして各装置における滞留時間は1時間である。

(b) 得られた沈殿物を戸別し、次いで水洗する。

(c) これを乾燥させる。

(d) 次いで、これを $900^\circ\text{C}$ において1時間か焼する。

粉碎及び選定後、次の特性を有する研磨用組成物が得られる。

粒 度： $0.1\%$ 以下が $15\mu\text{m}$ ふるいを不通過  
色：淡ピンク

かさ密度： $1.55$

懸濁安定性 $T_{90}$ ： $2.7$ 分

研磨効率： $2.3\text{mg}/\text{dm}^2/\text{分}$

構 造：モナザイト型構造の相によつて結合されたF立方構造の微結晶

#### 例 9

本法は例8に記載したと同じ条件下に実施され

色：淡ピンク

かさ密度： $1.7$

研磨効率： $2.0\text{mg}/\text{dm}^2/\text{分}$

構 造：例8で得られた化合物のものと同じであるが、しかしモナザイト相が少ない。

#### 例 10

反応器に、次のもの、即ち、

$1.4\text{モル}/\ell$ の塩化セリウムを含有する水溶液と、

$6\text{N}$ -過酸化水素溶液と、

$0.6\text{モル}/\ell$ の塩化ランタンを含有する水溶液と、

$2.15\text{モル}/\ell$ の弗化アンモニウム及び $0.35\text{モル}/\ell$ の磷酸アンモニウムを含有する水溶液と、

$2.4\text{N}$ -アンモニア溶液と、

を同時に連続的に導入する。

これらの溶液の流量は、pH調整装置を $\text{pH} = 7.7 \pm 0.1$ に設定する程のものである。

反応器は $50^\circ\text{C}$ で操作し、熟成器は $75^\circ\text{C}$ で操作し、そして各装置における滞留時間は1時間で

るが、唯一の差異はpH調整装置を異なる値に設定することである。

#### (1) $4.5 \pm 0.1$ に設定したpH

得られた研磨用組成物の特性は、次の如くである。

粒 度： $0.1\%$ 以下が $15\mu\text{m}$ ふるいを不通過  
色：淡ピンク

かさ密度： $1.3$

研磨効率： $2.5\text{mg}/\text{dm}^2/\text{分}$

構 造：例8で得られた化合物と同じもの

#### (2) $7.8 \pm 0.1$ に設定したpH

得られた研磨用組成物の特性は次の如くである。

粒 度： $0.1\%$ 以下が $15\mu\text{m}$ ふるいを不通過  
色：淡ピンク

かさ密度： $1.35$

研磨効率： $2.5\text{mg}/\text{dm}^2/\text{分}$

構 造：例8で得られた化合物のものと同じ

#### (3) $5.6 \pm 0.1$ に設定したpH

得られた研磨用組成物の特性は次の如くである。

粒 度：

ある。

(b) 得られた沈殿物を戸別し、次いで洗浄する。

(c) これを乾燥する。

(d) 次いで、これを $975^\circ\text{C}$ において1時間か焼する。

粉碎及び選定後、次の特性を有する研磨用組成物が得られる。

粒 度： $0.1\%$ 以下が $15\mu\text{m}$ ふるいを不通過  
色：淡クリーム

かさ密度： $1.7$

研磨効率： $2.7\text{mg}/\text{dm}^2/\text{分}$

構 造：例3で得られた生成物のものと同じ

代理人の氏名 倉 内 基 弘

同 倉 橋 咲